



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique



Université Amar Thelidji- Laghouat

FACULTE : TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT : GÉNIE DES PROCÉDÉS

MEMOIRE DE MASTER

Présenté par : **HADOUARA HADJ-SOULEYMAN**

DOMAINE : Sciences et Technologies

FILIERE : Génie des Procédés

OPTION : Génie Pharmaceutique

Thème

**L'effet des temps et la température de rôtissage sur
caractéristique physique et chimique et l'activité
antioxydants des huiles fixes de *Pistachier* d'Atlas**

Jury de soutenance :

Nom et Prénom	Grade	Qualité
MERIGHI Khaled	MAA	Président
ABDELMOUIZ Ahmed	MCA	Examineur
MECHRAOUI Omar	MCA	Rapporteur

Promotion : juillet 2022

Remerciement

Tout d'abord, je remercie Dieu le tout puissant pour m'avoir donné la santé, le courage et la force pour que je puisse continuer ce travail.

Nos plus grands remerciements vont aussi à notre professeur et notre encadreur Dr. Mechraoui Omar pour son aide, ses judicieux conseils toute au long de notre parcours universitaire, ses orientations et ses disponibilités.

Nous adressons nos remerciements à toutes les ingénieurs et les personnes du laboratoire de chimie , pour leur aide, leur gentillesse et leur chaleureux accueil.

J'adresse également mes sincères remerciements vont également mes nombre de jury d'avoir accepté de juger ce travail et d'apporter ses critiques tant constructives.

Nous tenons à remercier également tous nos enseignants de la faculté des sciences de la technologie -Université de Ammar thelidje - Laghouat, durant notre cycle d'étude.

Ainsi à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicace

C'est avec une très grande émotion et un immense plaisir que je dédie
ce modeste travail :

A ceux qui sont la source de mon inspiration et mon courage afin que
je puisse accomplir toute mes années d'étude.

A mon adorable père : MADANI.

A ma très chère mère : KHEIRA.

A mes sœurs et leurs maris et leurs enfants .

A mes frères : NASREDINE , LAHCEN et leur enfants .

A tous les membres de ma famille, petits et grands.

A monsieur OMAR MECHRAOUI pour son soutien et son encouragement.

A tous mes amis : TARZI, LAMINE ,

SOUFAINE ,LOTFI ,HAROUN ,ABBAS,RACHID ,GHAZALI,
MOHAMED,LAMINE,OMAR,DIEAA et à tous mes collègues de la
promotion.

A tous ceux qui m'ont aidé et encouragé pour réaliser ce mémoire.

Liste des tableaux

Tableau II.1 Propriétés physiques et chimiques de l'huile fixe des graines de Pistachier de l'Atlas	11
Tableau II.2 Les valeurs de l'IC 50 de l'huile fixe, dans le test de lanchiment du β -carotène	13
Tableau II.3 Propriétés physiques et chimiques de l'huile fixe des graines de Pistachier de l'Atlas. Torréfiées	14
Tableau II.4 Les valeurs d'IC 50 des différents huiles des graines torréfiées dans le test de blanchiment de β -carotène	17

Liste des figures

Figure I.1 : Montage d'extraction (Soxhlet) à chaud (solide –liquide) de l'huiles fixe	05
Figure II.1 :La variation des pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations de l'huile fixe dans le test de blanchiment du β -carotène	13

Sommaire

Remerciement	
Dédicace	
Sommaire	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Introduction générale.....	01
L'objectif de travail.....	02
I. Chapitre I : Matériels et méthodes	
I.1. Matériels.....	05
I.1.1. Produits chimiques	05
I.1.2. Matériel végétal	05
I.2. Extraction et analyse des huiles fixes	05
I.2.1. Extraction des huiles fixes	05
I.2.2. Détermination des indices physicochimiques	06
I.3. Test de blanchiment du β-carotène	08
I.4. Etude de l'effet du temps et de la température de rôtissage sur la composition chimique et l'activité biologique de l'huile fixe des graines de <i>Pistachier de l'Atlas</i>.....	09
I.4.1. Introduction.....	09
I.4.2. Préparation des échantillons	09
Chapitre II : Résultats et Discussions	
II.1. Extraction et analyse de l'huile fixe	11
II.1.1. Teneur et caractéristiques physico-chimiques de l'huile fixe.....	11
II.1.2. Test de blanchiment du β-carotène	12
II.1.2.1. Test de blanchiment du β-carotène des huiles fixes, des extraits méthanoïque et acetonique des tourteaux des graines de <i>Pistachier de l'Atlas</i>.....	12
II.2. Etude de l'effet du temps et de la température de rôtissage sur la composition chimique et l'activité biologique d'huile fixe des graines de <i>Pistachier de l'Atlas</i>.....	14
II.2.1. Teneur et caractéristiques physico-chimiques d'huile fixe.....	14
II.2.2. Teste de blanchiment de β-carotène	15
CONCLUSION GÉNÉRALE	19
Référence Bibliographique	22

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

De nombreuses recherches ont mis en évidence le rôle des phénomènes oxydatifs dans l'initiation de maladies aussi différentes que l'artériosclérose, les problèmes inflammatoires, cardiaques, pulmonaires, les cancers, le processus de vieillissement. De telles maladies apparaissent lorsque les mécanismes de défense contre les radicaux libres, dont dispose l'organisme, sont submergés. Il est donc nécessaire, à ce moment-là, d'aider le corps à lutter contre ces agressions [1].

L'usage des grains ou des plantes pour leurs vertus curatives s'est créé, répondu et transmis dans la plus ancienne civilisation connue. Il s'agit d'une des manifestations d'effort immémorial de l'homme pour comprendre et utiliser la nature, répondant ainsi à une de ses plus anciennes inquiétudes, celle qui naît de la maladie et la souffrance.[2]

Le consommateur cherche une alimentation saine et naturelle et préfère les aliments ne contenant pas d'additifs de synthèse. Les extraits végétaux qui présentent un pouvoir antioxydant intéressant sont pour la plupart riches en polyphénols [3], or ces substances ont une activité contre les radicaux libres, qui s'exprime aussi bien au niveau de la protection d'un aliment contre l'oxydation qu'au niveau de la protection des cellules animales contre le vieillissement et le cancer [4].

Le *Pistachier de l'Atlas*. est une plante recommandée dans la thérapie arabo-musulmane. Elle est l'une des plantes médicinales la plus utilisée à travers le monde. La graine de *Pistachier de l'Atlas*. est aussi bien utilisée traditionnellement dans l'alimentation que comme « médicament ». Dans le thé, le café, les graines servent d'aromatisant. La plante est considérée comme médicament des troubles digestifs et hépatiques, elle est également indiquée dans les céphalées chroniques et les migraines. En dermatologie, la graine traite l'alopecie, l'eczéma et l'acné ; par ailleurs on lui reconnaît des propriétés anthelminthiques et anti-infectieuses [5].

L'objectif principal de cet mémoire est d'étudier les huiles fixes des graines de *Pistachier de l'Atlas* . à travers les propriétés physico-chimiques .par la suite nous avons étudié l'influence du temps et de la température sur ces propriétés et leur activité antioxydante . Cette étude a été entreprise pour les raisons suivantes.

- L'importance commerciale de ces graines *Pistachier de l'Atlas* en Algérie en alimentation humaine.
- Disponibilité des huiles des graines de *Pistachier de l'Atlas*.
- Peu de travaux ont été consacrés à l'étude des constituants chimiques des graines des *Pistachier de l'Atlas*. Et à notre connaissance aucun travail n'a été publié sur l'effet du rôtissage sur les propriétés physico-chimique et l'activité antioxydante des huiles fixes des graines de *Pistachier de l'Atlas*

Dans le cadre de ce travail, nous nous sommes intéressés dans un premier temps à déterminer les propriétés physicochimique des huiles fixes de la plante étudiée et leur activité antioxydante. Ensuite, nous avons étudiée l'effet de rôtissage sur les propriétés physicochimique et l'activité antioxydante des huiles des graines de *Pistachier de l'Atlas*. En jouant sur le facteur du temps de séjour et la température de rôtissage.

L'objectif de travail

L'objectif de notre travail vise à déterminer la composition chimique de l'huile fixe et des extraits phénoliques des graines de *Pistachier de l'Atlas*. Pour cela notre étude englobe deux aspects, dont le premier est d'ordre phytochimique basé principalement sur l'extraction et la détermination des paramètres physico-chimiques de l'huile fixe et Il porte également sur l'évaluation de leurs activités antioxydantes. Le second aspect est consacré à l'étude de l'effet du temps et de la température de rôtissage sur les paramètres physico-chimiques et le pouvoir antioxydant de l'huile fixe des graines de *Pistachier de l'Atlas*.

Chapitre I :

Matériels et Méthodes

I .Matériels et Méthodes

I.1.Matériels

I.1.1.Produits chimiques

Tous les solvants et les réactifs étaient de la plus grande pureté requise pour chaque application. Hexane, acétone, méthanol, acétate d'éthyle, acide orthophosphorique, chlorure d'aluminium, sulfate d'ammonium, sulfate de sodium, vitamine E, acide linoléique, radical 1,1-diphényl-2-picrylhydrazyle (DPPH, 98%), hydroxytoluènebutylé (BHT), l'hydroxyanisolebutylé (BHA) et les étalons (acide gallique, catéchine, acide vanillique, épicatechine, acide coumarique, apigénine, rutine, quercétine, kaempférol) ont été achetés chez Sigma-Aldrich (SARL Prochima-Sigma, Tlemcen, Algérie). Le β -carotène et le Tween 20 ont été achetés chez Flucka (Buchs, Allemagne).

I.1.2.Matériel végétal

Les graines de *Pistachier de l'Atlas*, sont récoltées le mois d'Aout au site de Ain madhi.

I.2.1.Extraction et analyse des huiles fixes

I.2.1.1.Extraction des huiles fixes

Afin d'extraire et de déterminer la teneur en matières grasses, nous avons adopté la méthode de l'extraction par Soxhlet (figure I.1) en utilisant les graines de *Pistachier de l'Atlas*, complètement broyées comme matière végétale et l'hexane comme solvant.



Figure I.1 : Montage d'extraction (Soxhlet) à chaud (solide –liquide) de l'huiles fixe

L'extrait est ensuite séché par le sulfate de sodium anhydre. Après filtration, le solvant est évaporé sous pression réduite à 40°C. L'extrait obtenu représente un aspect huileux de couleur jaune. L'extrait est pesé et la teneur en huile a été calculée par la relation suivante

$$\text{Teneur en huiles} = \frac{\text{Poids de l'huile extraite}}{\text{Poids total des graines}} \times 100$$

I.2.1.2. Détermination des indices physicochimiques

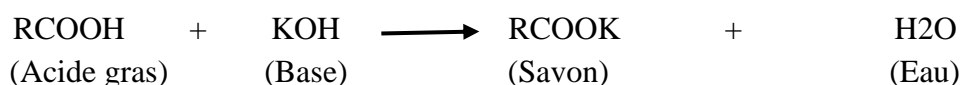
Nous avons déterminé quelques indices chimiques qui caractérisent les matières grasses en utilisant les normes AFNOR (Association Française de Normalisation) (AFNOR, 1984). Ces indices permettent de faire quelques estimations sur les masses moléculaires moyennes des acides gras et des triglycérides déterminés par l'indice de saponification (I.S) et sur la teneur en acides gras libres par la détermination de l'indice d'acide (I.A). Nous avons également déterminé la teneur en l'huile en matières insaponifiables et quelques caractéristiques physiques telles que l'indice de réfraction et la densité[1].

Indice d'acide

L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres contenus dans un corps. L'indice d'acide représente le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres dans 1g de corps gras[1]. Il est exprimé en mg/g.

➤ Principe

Le principe de la détermination de l'acidité d'une huile consiste en un dosage acido-basique correspondant à la neutralisation dont le schéma réactionnel est le suivant :



➤ Mode opératoire

Dissoudre la prise d'essai 0.5 g d'huile dans 5 ml du solvant organique hexane. Titrer, en agitant avec la solution éthanoïque d'hydroxyde de potassium à 0,1 mol/l jusqu'au virage de l'indicateur (coloration rose de la phénolphthaléine persistant durant au moins 10 secondes) le calcul de l'indice d'acide

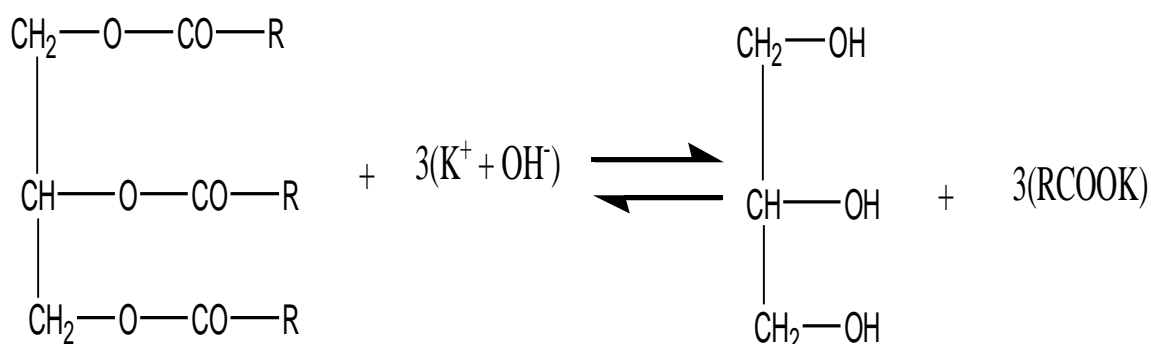
$$x = \frac{N \times V \times 56.1}{m}$$

V : le volume en ml de soude utilisé pour le titrage ; N : normalité de la solution de hydroxyde de potassium ; m : la masse en gramme de la prise d'essai ; 56,1 : masse molaire de KOH.

Indice de saponification

➤ Principe

L'indice de saponification est le nombre en milligrammes de potasse caustique (KOH), nécessaire pour transformer en savon les acides gras et les triglycérides d'un gramme de corps gras[1].



La détermination de l'indice de saponification est réalisée par la norme (AFNOR. NF T60-206). Une quantité d'un gramme d'huile est saponifiée à reflux par 25 ml de KOH éthanolique (0,5N) pendant une heure. L'excès du KOH est neutralisé par de l'acide hydrochlorique (0,5N) en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré. Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions sans l'huile[1]. L'indice de saponification est calculé par la relation suivante :

$$I.S = \frac{(V_0 - V_1) \times N \times 56.1}{m}$$

V₀ : volume de HCl en ml dans le test à blanc en ml ; V : volume de HCl en ml nécessaire pour neutraliser l'excès de la potasse ; m : masse d'huile prise en gramme ; N : la normalité de la solution potassique ; 56,1 : masse molaire de KOH.

Indice de réfraction n^{27}

L'indice de réfraction est le rapport de la vitesse de la lumière dans l'air à sa vitesse dans la substance examinée. Il est défini comme le sinus de l'angle d'incident divisé par le sinus de l'angle de réfraction lorsque le rayon lumineux passe de l'air dans la substance. La détermination de cet indice est donnée par lecture directe sur le réfractomètre à température ambiante (27°C).

La densité d^{27}

La densité ou densité relative d'un corps est le rapport de sa masse volumique à la masse volumique d'un corps pris comme référence. Le corps de référence est l'eau pure à 27°C. Ce paramètre est calculé à l'aide d'un densimètre électronique portable (le DMA 35 N).

I.3. Test de blanchiment du β -carotène

Cette méthode consiste à mesurer à 470 nm la décoloration du β -carotène résultant de son oxydation par les produits de décomposition de l'acide linoléique. La dispersion d'acide linoléique et de β -carotène dans la phase aqueuse a été préparée avec Tween 20. L'oxydation de l'acide linoléique est catalysée par la chaleur (50 ° C). L'ajout d'antioxydants purs ou d'extraits de plantes induit un retard dans la cinétique de décoloration du β -carotène [2]. L'étude de l'activité antioxydante par la méthode de décoloration du β -carotène a été réalisée par le protocole expérimental décrit par Ozsoy et al [3].

Pour préparer l'émulsion de β -carotène, 2 mg de ce dernier sont dissous dans 10 ml de chloroforme, puis 1 ml de cette solution est mélangé à 40 mg d'acide linoléique purifié et 400 mg de Tween 20. Ensuite, le chloroforme est évaporé sous pression réduite par un évaporateur rotatif et le résidu obtenu est repris dans 50 mL d'eau distillée. Des tubes contenant 3 mL de cette émulsion sont préparés, pour lesquels 50 μ L d'extraits préparés ou d'antioxydants de référence (BHA) à différentes concentrations sont ajoutés. Le mélange est bien agité, et la lecture de l'absorbance à 470 nm est immédiatement effectuée à t_0 contre un blanc qui contient l'émulsion sans β -carotène. Les tubes couverts sont placés dans un bain d'eau réglé à 50 ° C et la lecture de l'absorbance est effectuée toutes les 15 minutes pendant 120 minutes. Un contrôle négatif est réalisé en parallèle, comprenant 3 mL de l'émulsion de β -carotène et 50 μ L de méthanol. Les résultats obtenus sont exprimés en termes de pourcentage d'inhibition de la décoloration du β -carotène en employant la formule suivante :

$$\% I = \left(1 - \frac{A_0 - A_{120}}{A_{c0} - A_{c120}} \right) \times 100$$

A_0 : absorbance de l'échantillon à t_0 .

A_{120} : absorbance de l'échantillon après incubation de 120 minutes.

A_{c0} : absorbance du contrôle négatif à t_0 .

A_{c120} : absorbance du contrôle négatif après incubation de 120 minutes.

I.4. Etude de l'effet du temps et de la température de rôtissage sur la composition chimique et l'activité biologique de l'huile fixe des graines de *Pistachier de l'Atlas*.**I.4.1. Introduction**

Le processus de torréfaction est l'étape clé pour faire de l'huile végétale, depuis la couleur, la saveur, La composition et la qualité de l'huile sont toutes influencées par les conditions du processus. Certains chercheurs [4] signalés que la composition chimique d'une huile est indépendante de la température de torréfaction utilisée. Cependant, peu une enquête a été menée sur les effets de torréfaction sur la composition chimique ou la stabilité à l'oxydation d'huile de *Pistachier de l'Atlas*. Les graines de *Pistachier de l'Atlas*. grillées ont été étudiées comme aliment médicamenteux par le fameux médecin ibn sina. L'objectif de cette étude était d'enquêter sur les changements induits par la torréfaction dans la composition en acides gras, tocophérols, stérols, polyphénol et l'activité biologique de l'huile fixe des graines de *Pistachier de l'Atlas*

I.4.2. Préparation des échantillons

Dans ce travail nous avons voulu étudié un facteur important celui de torréfaction (rôtissage) et leur influence sur la composition chimique, les propriétés physico-chimique et l'activité biologique de l'huile fixe des graines de *Pistachier de l'Atlas*. Le temps et la température sont les principaux facteurs contrôlés lors de la torréfaction dans ce contexte on a fixé comme but l'étude cinétique du rôtissage des graines de *Pistachier de l'Atlas*. Pour ce faire Un échantillon de 100 g a été étalé sur un plateau en aluminium pour assurer une épaisseur de 1 cm et placé dans un four réglé à 150 et 180 C. Les échantillons rôtis pendant 5, 15, et 25 min ont été immédiatement refroidi à la température ambiante et stocké à 4 °C dans des sacs en plastique. Les échantillons non grillés ont également été stockés dans les mêmes conditions. Les huiles ont été extraites des graines par solvant (hexane) à chaud à l'aide de dispositif de soxlhet et conservés dans des récipients en verre à 4 °C jusqu'à utilisation pour déterminer leurs propriétés physico-chimiques et leurs activité antioxydante.

Chapitre II

Résultats et Discussions

CHAPITRE II: Résultats et Discussions

II.1.Extraction et analyse de l'huile fixe

II.1.1.Teneur et caractéristiques physico-chimiques de l'huile fixe

Les huiles des graines de *Pistachier de l'Atlas*. ont une couleur jaune brunâtre. Cela peut être lié à la capacité de solvant organique pour extraire la plupart des pigments liposolubles et des oléorésines présentes dans les graines de *Pistachier de l'Atlas*. Ces huiles sont liquides à température ambiante avec une odeur agréable. Le pourcentage des huiles dans les graines est de 15,2% (m/m)(tableau II.1). Cette valeur est faible par rapport aux valeurs rapportées par d'autres chercheurs 22.0% [5], 34.8% [6] et 34.9% [7]. Ces variations pourraient être expliquées par la diversité de maturité et phénotype du sujet étudié ou par les différentes méthodes d'extraction et aux différents modes de traitement de la matière végétales.

Tableau II.1 : Propriétés physiques et chimiques de l'huile fixe des graines de *Pistachier de l'Atlas*

Propriétés	Valeurs déterminées	Valeurs rapportées dans la littérature		
		1	2	3
Teneur en huile (%)	15.2	22.0	34.9	34.8
d (g/cm ³) à 27°C	0.8890 ± 0.0005	Nd	Nd	0.8 ± 0.0001
□ ²⁷	1.4568 ± 0.0003	(1.4714–1.4724)	(1.4723–1.4735)	1.4732 ± 0.0001
I.A (mg KOH/g)	10.5518 ± 0.2450	11.0 ± 0.0	(6.3–8.1)	(7.2–11.6)
I.S (mg (KOH)/g)	143.3330 ± 2.7044	(195–210)	Nd	203 ± 3.0

d : densité ; □²⁷: indice de réfraction ; I.A : indice d'acide ; I.S : indice de saponification ; Nd : non déterminé ; 1 : [5] ; 2 : [7] ; 3 : [6]

Les constantes physiques de l'huile fixe nous donnent des informations préliminaires sur les structures chimiques ainsi les fonctions chimiques qui peuvent être renfermées dans la structure des lipides. L'indice de réfraction est utilisé pour mesurer la variation de l'insaturation dans les huiles après l'hydrogénation.

L'indice de réfraction des huiles dépend de leurs masses moléculaires, la longueur de la chaîne des acides gras, le degré d'insaturation et le degré de la conjugaison [8]. La valeur de l'indice de réfraction de l'huile fixe des graines de *Pistachier de l'Atlas*. est estimée à 1.4568 elle est inférieure à celle rapportée par d'autres chercheurs 1.4714 [5], 1.4723 [7] et 1.4732 [6]. Cette différence elle peut être expliquée par la diversité de maturité, phénotype du sujet étudié et le solvant utilisé dans l'extraction.

La valeur de la densité apparente de huile fixe 0.887 g/cm³ était plus élevée que celui mentionné dans la littérature (0.80g/cm³) [6].il est évident que cette différence est imposée par les conditions et la nature des graines utilisées dans l'étude. Cette valeur elle inférieure à celle des huiles d'olive (0,910 g/cm³).

L'indice d'acidité est une mesure précieuse de la qualité de l'huile. L'huile de faible acidité est la plus souhaitable à recommander pour la consommation. dans notre cas l'indice d'acidité est de 10.5518 % cette valeur elle est similaire à celle rapportée par la littérature [5] et [6] par contre elles sont inférieures à ceux déterminés par [9] et [10]. L'acidité élevée de l'huile peut être liée à la graine *Pistachier de l'Atlas*, alors que de nombreuses graines oléagineuses, comme l'olive, la palme et le son de riz, contiennent une acidité élevée.

L'indice de saponification est un indicateur de la masse moléculaire des acides gras et des triglycérides ainsi la longueur de chaîne de carbone qui contient l'huile. Il est inversement proportionnel à la masse moléculaire de l'huile. La valeur obtenue de l'indice de saponification de l'huile étudiée est de $(143.3330 \pm 2.7044 \text{ mg KOH/g})$. Cette valeur elle est inférieure que celle rapportée par Abdel-Aal et Attia, elle n'appartient pas à la fourchette (195-200) ou la plus part des huiles des graines ont un indice de saponification qui appartient à cet intervalle [11]. Cet résultat indique que l'huile des graines de *Pistachier de l'Atlas*. étudiées contiennent des acides gras avec des courtes chaînes de carbone comparativement aux graines des huiles de Noix de coco (248-265) et de Palme (230-254) [12].

II.1.2. Test de blanchiment du β -carotène

II.1.2.1. Test de blanchiment du β -carotène des huiles fixes, des extraits méthanolique et acetonique des tourteaux des graines de *Pistachier de l'Atlas*.

La méthode d'évaluation de l'activité antioxydante par la décoloration du β -carotène est une méthode spectrophotométrique qui permet de suivre, à 470 nm, la décoloration du β -carotène au cours du temps de la réaction. D'après les résultats obtenus, nous avons remarqué clairement l'effet de l'antioxydant de référence (BHA) et (BHT) exercé en inhibant la décoloration du β -carotène observé par la faible décroissance de l'absorbance à 470 nm au cours des 120 minutes de la cinétique.

L'extrait à présenter un effet non négligeable concernant l'inhibition de la décoloration du β -carotène remarqué par une minime décroissance de l'absorbance à 470 nm .

L'activité antioxydante de l'huile fixe des graines de *Pistachier de l'Atlas*. exprimée par le IC50 (la concentration en extrait qui inhibe le blanchiment de 50 % β -carotène) est calculée à partir du graphe du pourcentage d'inhibition en fonction de la concentration d'extrait en utilisant l'équation exponentielle (figure II.1).

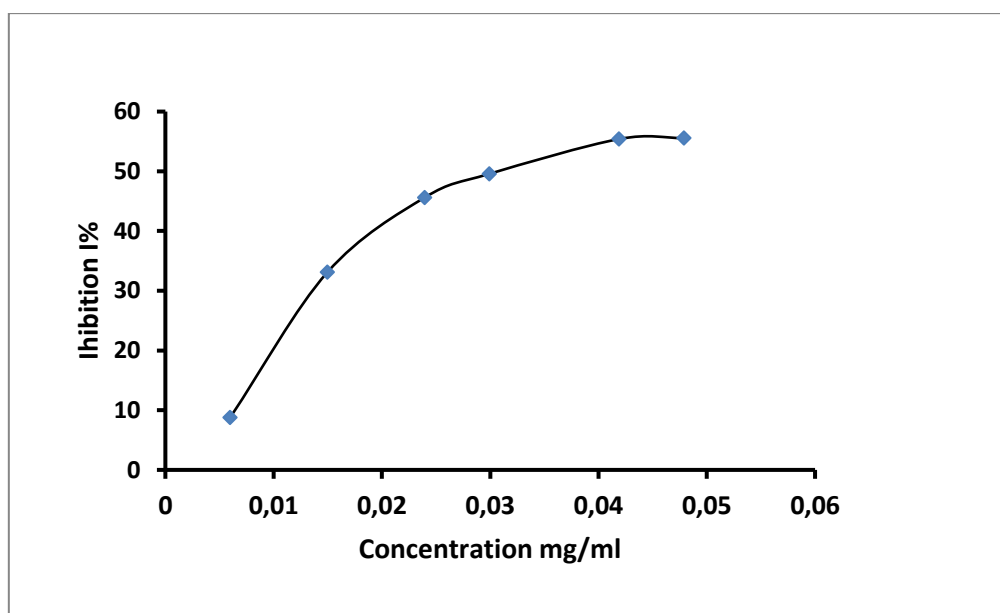


Figure II.1 : La variation des pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations de l'huile fixe dans le test de blanchiment du β -carotène

En comparant les résultats obtenus (Tableau II.2), nous avons constaté que l'huile fixe présente un effet protecteur non négligeable de l'ordre de 33.4448 ml/mg comparé à celui du BHT (1369.86 ml/mg) et il est incomparable avec celui de BHA (2000 ml/mg)

Tableau II.2 : Les valeurs de l'IC 50 de l'huile fixe, dans le test de blanchiment du β -carotène.

Extraits	IC50 (mg/ml)	APR (ml/mg)
Huile fixe	0.0299 \pm 0.0002	33.4448
BHA	0.0005 \pm 0.00001	2000.00
BHT	0.0073 \pm 0.0004	136.986

Dans ce modèle de mesure de l'activité antioxydante, le β -carotène subit une décoloration rapide en l'absence d'un antioxydant qui aboutit à une réduction de l'absorbance de la solution d'essai avec le temps de réaction [13], cela est dû à l'acide linoléique qui produit des hydro peroxydes pendant son incubation à 50 °C [14], ces derniers attaquent les insaturations du β -carotène, et en conséquence, la couleur caractéristique de ce dernier disparaît [13]. De ce fait, la présence d'un antioxydant dans l'extrait permettra de réduire au minimum l'oxydation du β -carotène par les hydro peroxydes.

II.2. Etude de l'effet du temps et de la température de rôtissage sur la composition chimique et l'activité biologique d'huile fixe des graines de *Pistachier de l'Atlas*.

II.2.1. Teneur et caractéristiques physico-chimiques d'huile fixe.

Les huiles des graines de *Pistachier de l'Atlas* ont des couleurs jaunes. Elles prenant la forme liquide à température ambiante avec une odeur agréable. Cette couleur va devenir avec le temps de rôtissage jaune obscure. L'augmentation de l'obscurité et de la rougeur de l'huile avec l'augmentation du temps de torréfaction semblait être due au brunissement non enzymatique entre les sucres réducteurs et des groupes Amino aux températures élevées. La teneur en huile des graines elle est presque stable durant toutes les périodes de torréfaction (Tableau II.3). Ce résultat elle ne s'accorde pas avec les recherches qui ont été faites par d'autres études [4]. La teneur en huile des graines étudiées est semblable avec celle trouvé par E.-S. Abdel-Aal et R. Attia [5]. Par contre cette quantité en huile, est inférieur à celle trouvée par A. Salem, T. Tahu, et I. Abou-El-Fadl [7]. Cette différence en teneur en huile peut être expliquée par les différentes méthodes d'extraction, aux différents modes de traitement de la matière végétales et aux des conditions de stockage des graines.

Tableau II.3 : Propriétés physiques et chimiques de l'huile fixe des graines de *Pistachier de l'Atlas*. Torréfiées.

Température de rôtissage	Temps de rôtissage	Teneur en huile (%)	d (g/cm ³) à 27°C	n_D^{27}	I.A(mg (KOH)/g)	I.S (mg (KOH)/g)
150 °C	5 min	15.68	0.887	1.459 ± 0.002	10.71 ± 0.41	143.33 ± 2.71
	15 min	14.89	0.867	1.459 ± 0.003	9.97 ± 0.02	143.86 ± 2.74
	25 min	15.02	0.918	1.474 ± 0.00	9.93 ± 0.72	142.72 ± 2.78
180 °C	5 min	15.42	0.865	1.453 ± 0.023	7.44 ± 0.01	142.01 ± 1.39
	15 min	15.46	0.870	1.464 ± 0.001	7.37 ± 0.1	137.75 ± 1.37
	25 min	15.35	0.890	1.467 ± 0.003	7.40 ± 0.09	138.06 ± 4.17

Les valeurs des constantes physico-chimiques des huiles des graines de *Pistachier de l'Atlas* étudiées sont regroupées dans le tableau II.3. Les constantes physiques de l'huile nous donnent des informations préliminaires sur les structures chimiques ainsi les fonctions chimiques qui peuvent être renfermées dans la structure de l'huile fixe. Il est aussi possible de nous donner des indications sur la pureté et la qualité de l'huile[15].

L'indice de réfraction est utilisé pour mesurer la variation de l'insaturation dans l'huile après l'hydrogénation. L'indice de réfraction de l'huile dépend de leurs masses moléculaires, la longueur de la chaîne des acides gras, le degré d'insaturation et le degré de la conjugaison [12]. Les huiles des graines de *Pistachier de l'Atlas*. montrent des valeurs d'indice de

réfraction qui s'échelonnent de 1,453 à 1,474 (Tableau II.2), en revanche la valeur supérieure est enregistrée dans le cas des graines traitées pendant 15 min à 150°C.

Les valeurs de la densité des huiles étudiées varient entre de 0,865 g/cm³ à 0,918 g/cm³ (Tableau II.3). Ces résultats montrent clairement l'influence du temps de rôtissage sur ce paramètre physique de l'huile. La valeur minimale correspond à l'huile fixe des graines traitées pendant 5 min à 180°C alors que la valeur maximale est enregistrée dans le cas des graines traitées pendant 25 min à 150°C.

L'huile de faible acidité est la plus souhaitable à recommander pour la consommation. Ces huiles doivent avoir une acidité inférieure à 0,1 mg KOH/g. Toutes les huiles étudiées possèdent des valeurs fortes en acidité, les valeurs des indices d'acidité sont entre 7.37 et 10.71 (Tableau II.3). Les résultats montrent clairement la diminution de l'acidité en fonction du temps et de la température de rôtissage. Cette diminution commence à partir de 10^{ème} minute de rôtissage pour les graines traitées à 150 °C et on remarque que les valeurs de l'indice d'acide diminuent à 180°C.

L'indice de saponification est un indicateur de la masse moléculaire des acides gras et des triglycérides ainsi que la longueur de chaîne de carbone qui contient l'huile. Il est inversement proportionnel à la masse moléculaire de l'huile. Les valeurs obtenues de l'indice de saponification des huiles étudiées varient de 137.75 à 143.33 mg KOH/g (Tableau II.3). Ces valeurs indiquent que les huiles des graines de *Pistachier de l'Atlas* contiennent des acides gras avec des longues chaînes de carbone. La plus grande valeur enregistrée correspond à l'huile fixe des graines traitées durant 5 min à 150°C alors que la plus faible valeur est enregistrée dans le cas de l'huile fixe des graines traitées à 180°C. D'après ces résultats on peut dire que la variation de l'indice de saponification au cours du temps de rôtissage est faible c'est-à-dire que le rôtissage n'a aucune influence sur ce paramètre.

II.2.2. Teste de blanchiment de β -carotène

Les activités inhibitrices de peroxydation des lipides par l'huile fixe des graines de *Pistachier de l'Atlas* ont été évaluées par l'essai du blanchiment du β -carotène qui est fondé sur la perte de la couleur jaune de β -carotène due à sa réaction aux radicaux qui sont constitués par oxydation d'acide linoléique dans une émulsion. La présence de différents antioxydants peut gêner l'ampleur du blanchiment du β -carotène en neutralisant le radical libre de linoléate et d'autres radicaux libres formés dans le système [16]. Cette méthode est employée couramment parce que le β -carotène montre une activité biologique forte et est un composé physiologique important [16].

En outre, le β -carotène est employé comme agent de coloration en boissons, et sa décoloration réduirait nettement la qualité de ces produits [16]. De ce fait, il est employé dans l'évaluation de l'activité antioxydante des extraits lipidiques des graines de *Pistachier de l'Atlas*. La cinétique de blanchiment du β -carotène selon la présence ou l'absence dans les extraits lipidiques de *Pistachier de l'Atlas* et de l'antioxydant standard (BHA et BHT) est montrée dans la Figure II.4. Comme l'indique la Figure II.4, les courbes ont la même allure, ce qui

implique la même interprétation : au temps (t_0) : la densité optique de tous les extraits, le standard et le contrôle (-), étant presque la même et présentant un seuil d'absorbance d'environ 0.700. Cela est expliqué par le fait qu'à ce moment-là il n'y a aucun RL qui a été formé dans le milieu réactionnel, par conséquent le β -carotène reste hautement insaturé, la couleur jaune confère alors une absorbance maximale, ce temps peut être nommé « temps de repos » ; – au temps ($t : 0h$): l'absorbance commence à diminuer progressivement pour tous les extraits, le standard et le contrôle (-), ce qui indique sans doute le début de la formation des RLs dans le milieu réactionnel généré par l'acide linoléique suite à la rupture des doubles liaisons par le tween 20, on préfère nommer ce temps « temps de génération » ; – après ce temps ($0 \text{ min} < t \leq 120 \text{ min}$): l'étude de cinétique de blanchiment du β -carotène montre que celui-ci diminue graduellement avec le temps, pour atteindre un état stationnaire au bout de 120 min, Après ce temps-là, il reste constant, ce qui montre que toutes les doubles liaisons présentes dans le β -carotène sont dégradées, ce qui s'achève à l'épuisement irréversible de la coloration jaune par la transformation en une couleur blanche, c'est donc le blanchiment total du β -carotène, ce temps est dit « temps d'épuisement ».

Par ailleurs, d'après la Figure II.2, on remarque que la courbe qui correspond au contrôle (-) diminue d'une façon rapide, car il n'y a aucun antioxydant qui puisse inhiber ou diminuer l'oxydation du β -carotène.

L'activité antioxydante de l'huile fixe des graines de *Pistachier de l'Atlas*. Exprimée par le EC50 (la concentration en extrait qui inhibe le blanchiment de 50 % β -carotène) est calculée à partir du graphe du pourcentage d'inhibition en fonction de la concentration d'extrait en utilisant l'équation exponentielle .

Les résultats de blanchiment du β -carotène Tableau II.4 ont indiqué que La torréfaction a entraîné une nette augmentation de l'activité antioxydante qui a été mesurée par le test de blanchiment de β -carotène. Cette Activité antioxydante de l'huile fixe de *Pistachier de l'Atlas*. Augmente progressivement pendant la torréfaction jusqu'à atteindre un maximum apparent dans les 25min à 150°C. Il y avait une légère diminution de la capacité antioxydante des échantillons pour les échantillons traités à 180°C .

L'activité la plus élevée a été montrée par l'huile fixe des graines traitées pendant 25 min (ARP = 666.66) à 150°C elle est 5 fois supérieur que l'activité de l'antioxydant de référence BHA. L'augmentation de l'activité antioxydante des huiles des noix d'Abricot torréfiées avait déjà été rapportée par Karabulut [3]. Cette augmentation est principalement liée aux composés relativement polaires dans l'huile accumulés au cours de rôtissage.

Tableau II.4 Les valeurs d'IC 50 des différents huiles des graines torréfiées dans le test de blanchiment de β -carotène

Température de Rôtissage	Temps de rôtissage (min)	EC50 (mg/ml)	ARP(ml/mg)
150 °C	5	0.0027 ± 0.0001	370.37
	15	0.0021 ± 0.0004	476.19
	25	0.0015 ± 0.0003	666.66
180 °C	5	0.0017 ± 0.0003	588.23
	15	0.0017 ± 0.0001	588.23
	25	0.0019 ± 0.0002	526.32
	BHT	0.0005 ± 0.00001	2000
	BHA	0.0073 ± 0.0004	136.99

CONCLUSION GÉNÉRALE

conclusion

La présente étude a pour objectif l'étude des fruits de Pistachier de l'Atlas provenant de la région Laghouat à travers leurs teneurs en lipides, et en composés phénoliques puis l'étude l'activité antioxydante de ces extraits lipidiques .

En effet les résultats d'extraction montrent que les fruits de Pistachier de l'Atlas sont très riches en lipides.

Les lipides sont des bons marqueurs bio-organique pour l'étude de variabilité biogénétiques de *Pistacia Atlantica* . L'évaluation de l'activité antioxydante s'est portée sur l'application d'une analyse *in vitro*, comprenant la capacité de conserver la B-carotène. Dans le test blanchiment du B-carotène l'ensemble des extraits lipidiques et surtout les grains traitées a 150°C pendant 25 min est plus actifs par rapport aux autres extraits lipidiques. Ce résultat est prévu car les composés phénoliques présentent une activité antiradicalaire certaines. À notre connaissance, c'est pour la première fois que l'activité antioxydante *in vitro* des extraits lipidiques des fruits de Pistachier de l'Atlas traités thermiquement a été étudiée, et pour cela on peut dire que ces résultats importants nous encourage de sélectionner cette plante comme une source prometteuse pour des études chimiques approfondies afin de caractériser les molécules naturelles responsables à cette activité.

Dans le teste de blanchiment du β -carotène les huiles fixes présente un effet protecteur non négligeable de l'ordre de 33.4448 ml/mg comparé à celui du BHT (1369.86 ml/mg) et il est incomparable avec celui de BHA (2000 ml/mg). La protection de β -carotène a été mieux par les huiles des graines grillées comparé à l'échantillon non torréfié. Selon les résultats de cette étude, nous pouvons affirmer que la durée de conservation des huiles fixes des graines de *Pistachier de l'Atlas*. pourrait être améliorée par un rôtissage approprié. Plus loin des études pourraient être consacrées à la clarification de la structure moléculaire de chaque composé phénolique individuel

De nombreuses perspectives peuvent être envisagées :

- L'activité antioxydante issue des extraits naturels de plantes locales permettent d'isoler et de caractériser d'éventuelles nouvelles molécules ou de trouver des molécules déjà connus responsables à cette activité et qui pourront être utilisées pour des études chimiotaxnomiques.

Il reste encore beaucoup de plantes locales utiles qui n'ont pas été analysées et qui méritaient de l'être afin de déterminer leur potentialité dans les domaines étudiés.

REFERENCE BIBLIOGRAPHIQUE

Référence Bibliographique

- [1] L. A. Pham-Huy, H. He, and C. Pham-Huy, "Free radicals, antioxidants in disease and health," *International journal of biomedical science: IJBS*, vol. 4, p. 89, 2008.
- [2] A. Gurib-Fakim, "Medicinal plants: traditions of yesterday and drugs of tomorrow," *Molecular aspects of Medicine*, vol. 27, pp. 1-93, 2006.
- [3] N. Galaffu, K. Bortlik, and M. Michel, "An industry perspective on natural food colour stability," in *Colour additives for foods and beverages*, ed: Elsevier, 2015, pp. 91-130.
- [4] K. B. Pandey and S. I. Rizvi, "Plant polyphenols as dietary antioxidants in human health and disease," *Oxidative medicine and cellular longevity*, vol. 2, pp. 270-278, 2009.
- [5] A. Dudtschenko, A. Kos' jakov, and V. Krivenko, "Spicy-aromatic and spicy tasting plants. A encyclopedia," 1989.
- [6] A. NOR, "Recueil des normes françaises des corps gras, graines oléagineuses et produits dérivés," *Association Française de NORmalisation eds*, Paris, p. 95, 1984.
- [7] G. Cirillo, F. Puoci, F. Iemma, M. Curcio, O. I. Parisi, U. G. Spizzirri, I. Altimari, and N. Picci, "Starch-quercetin conjugate by radical grafting: synthesis and biological characterization," *Pharmaceutical development and technology*, vol. 17, pp. 466-476, 2012.
- [8] G. Durmaz, İ. Karabulut, A. Topçu, M. Asiltürk, and T. Kutlu, "Roasting-related changes in oxidative stability and antioxidant capacity of apricot kernel oil," *Journal of the American Oil Chemists' Society*, vol. 87, pp. 401-409, 2010.
- [9] M. Y. Jung, J. Y. Bock, S. O. Baik, J. H. Lee, and T. K. Lee, "Effects of roasting on pyrazine contents and oxidative stability of red pepper seed oil prior to its extraction," *Journal of agricultural and food chemistry*, vol. 47, pp. 1700-1704, 1999.
- [10] E.-S. Abdel-Aal and R. Attia, "Characterization of black cumin (*Nigella sativa*) seeds 1-chemical composition and lipids," *Alexandria Science Exchange*, vol. 14, pp. 467-467, 1993.

REFERENCE BIBLIOGRAPHIQUE

- [11] M. B. Atta, "Some characteristics of nigella (*Nigella sativa* L.) seed cultivated in Egypt and its lipid profile," *Food chemistry*, vol. 83, pp. 63-68, 2003.
- [12] A. Salem, T. Tahu, and I. Abou-El-Fadl, "Studies on variation, heritability and characters association in black cumin (*Nigella sativa* L.)," *Egyptian Journal of Agriculture Research*, vol. 79, pp. 1439-1447, 2001.
- [13] D. Nichols and K. Sanderson, "Chemical and functional properties of food lipids," ed: CRC Press, New York, 2003.
- [14] A. Gad, M. El-Dakhakhny, and M. Hassan, "Studies on the chemical constitution of Egyptian *Nigella sativa* L. oil," *Planta Medica*, vol. 11, pp. 134-138, 1963.
- [15] G. Üstun, L. Kent, N. Cekin, and H. Civelekoglu, "Investigation of the technological properties of *Nigella sativa* (black cumin) seed oil," *Journal of the American Oil Chemists' Society*, vol. 67, pp. 958-960, 1990.
- [16] K. Nyam, C. Tan, O. Lai, K. Long, and Y. C. Man, "Physicochemical properties and bioactive compounds of selected seed oils," *LWT-Food Science and technology*, vol. 42, pp. 1396-1403, 2009.
- [17] D. S. Nichols and K. Sanderson, "The nomenclature, structure, and properties of food lipids," *Chemical and functional properties of food lipids*, pp. 29-59, 2003.
- [18] A. Khadhri, I. Bouali, S. Belkhir, R. Mokded, S. Smiti, P. Falé, M. E. M. Araújo, and M. L. M. Serralheiro, "In vitro digestion, antioxidant and antiacetylcholinesterase activities of two species of *Ruta*: *Ruta chalepensis* and *Ruta montana*," *Pharmaceutical biology*, vol. 55, pp. 101-107, 2017.
- [19] J. Kubola and S. Siriamornpun, "Phenolic contents and antioxidant activities of bitter gourd (*Momordica charantia* L.) leaf, stem and fruit fraction extracts in vitro," *Food chemistry*, vol. 110, pp. 881-890, 2008.
- [20] H.-F. Yang-Yen, J.-C. Chambard, Y.-L. Sun, T. Smeal, T. J. Schmidt, J. Drouin, and M. Karin, "Transcriptional interference between c-Jun and the glucocorticoid receptor: mutual inhibition of DNA binding due to direct protein-protein interaction," *Cell*, vol. 62, pp. 1205-1215, 1990.

REFERENCE BIBLIOGRAPHIQUE

- [21] N. Ghedadba, H. Bousselsela, L. Hambaba, S. Benbia, and Y. Mouloud, "Évaluation de l'activité antioxydante et antimicrobienne des feuilles et des sommités fleuries de *Marrubium vulgare* L," *Phytothérapie*, vol. 12, pp. 15-24, 2014.